

*see English Equivalent US 5,493,045***HYDROSILYLATING METHOD USING ENE-YNE UNSATURATED COMPOUND AS ACCELERATOR****Publication number:** JP9025281**Publication date:** 1997-01-28**Inventor:** HAWAADO MAABIN BANKU; GEIRII TOOMASU
DETSUKAA; PIITAA IN KAI RO**Applicant:** DOW CORNING**Classification:****- international:** **B01J23/42; B01J31/22; C07B61/00; C07F7/12;
C07F7/14; B01J23/42; B01J31/16; C07B61/00;
C07F7/00; (IPC1-7): C07B61/00; C07F7/12; B01J23/42;
B01J31/22; C07F7/14****- european:** C07F7/14**Application number:** JP19960166096 19960626**Priority number(s):** US19950494752 19950626**Also published as:**

EP0751140 (A2)

US5493045 (A1)

EP0751140 (A3)

Report a data error here

Abstract not available for JP9025281

Abstract of corresponding document: **US5493045**

A hydrosilation process where a silicon hydride is reacted with an unsaturated reactant in the presence of a platinum catalyst and an accelerator selected from a group consisting of ene-yne unsaturated compounds. The accelerators are especially useful for facilitating the hydrosilation of unsaturated reactants where the unsaturation is in the internal portion of the reactant's structure, for example, as in cyclopentene and cyclohexene.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-25281

(43) 公開日 平成9年(1997) 1月28日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 F 7/12			C 0 7 F 7/12	H
B 0 1 J 23/42			B 0 1 J 23/42	X
31/22			31/22	X
C 0 7 F 7/14			C 0 7 F 7/14	
// C 0 7 B 61/00	3 0 0		C 0 7 B 61/00	3 0 0
審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 6 頁)				
(21) 出願番号	特願平8-166096		(71) 出願人	590001418
(22) 出願日	平成8年(1996) 6月26日			ダウ・コーニング・コーポレーション DOW CORNING CORPORA TION アメリカ合衆国ミシガン州ミッドランド (番地なし)
(31) 優先権主張番号	4 9 4 7 5 2		(72) 発明者	ハワード マービン バンク アメリカ合衆国, ミシガン 48623, フリ ーランド, テンス ストリート 334
(32) 優先日	1995年6月26日		(72) 発明者	ゲイリー トーマス デッカー アメリカ合衆国, ミシガン 48642, ミッ ドランド, シャロン 3308
(33) 優先権主張国	米国 (US)		(74) 代理人	弁理士 石田 敬 (外3名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 エン-イン不飽和化合物を促進剤とするヒドロシリル化法

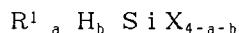
(57) 【要約】

【課題】 水素化ケイ素を不飽和反応物と反応させる新しいヒドロシリル化法を提供する。

【解決手段】 白金触媒存在下且つエン-イン不飽和化合物から選ばれた促進剤存在下で、水素化ケイ素を不飽和反応物と反応させる。これらの促進剤は、不飽和が、例えばシクロペンテンあるいはシクロヘキセンにおけるように、反応物の構造の内側部分にある不飽和反応物のヒドロシリル化を促進するのに殊の外有用である。

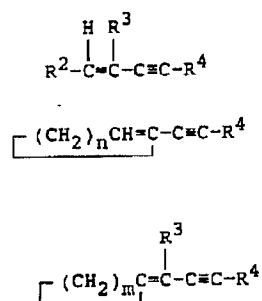
【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 次式



で表される水素化ケイ素（この式の各 R^1 は、炭素原子数1～20のアルキル基、炭素原子数4～12のシクロアルキル基、及びアリール基からなる群より独立に選ばれ、各Xはハロゲン原子又は式 $-OR^1$ （ここでの R^1 は先に記載のとおりである）により表されるオルガノオキシ基より独立に選ばれ、 $a=0\sim3$ 、 $b=1\sim3$ 、そして $a+b=1\sim4$ である）と、(B) (i) 置換された又は不置換の不飽和有機化合物、(ii) 置換された又は不置換の不飽和有機置換基を含むケイ素化合物、及び(iii) (i)と(ii)との混合物、からなる群より選ばれた不飽和反応物とを、白金化合物又は白金錯体から選ばれた白金触媒の存在下、且つ、下記の式

【化1】



（これらの式において、 R^2 は水素原子、又は炭素原子数1～12の炭化水素基から選ばれ、 R^3 は水素原子、又は炭素原子数1～6の炭化水素基から選ばれ、 R^4 は水素原子、炭素原子数1～6の炭化水素基、及び式 $-SiR^5_3$ （この式の各 R^5 は独立に選ばれた、炭素原子数1～6の炭化水素基である）で表されるトリオルガノシリル基からなる群から選ばれ、 $n=3\sim5$ 、そして $m=4\sim6$ である）により表されるエンーイン不飽和化合物からなる群より選ばれた促進剤の存在下で接触させることを含むヒドロシリル化法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、白金触媒の存在下、且つエンーイン不飽和化合物から選ばれた促進剤の存在下で、水素化ケイ素を不飽和反応物と反応させるヒドロシリル化法である。これらの促進剤は、不飽和が、例えばシクロペンテンあるいはシクロヘキセンにおけるように、反応物の構造の内側部分にある不飽和反応物のヒドロシリル化を促進するのに殊の外有用である。これらの促進剤は、酸素の存在下又は不存在下で有効であると信じられる。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】当該技術分野では、水素化ケイ素含有化合物を触媒の存在下で

不飽和有機化合物と反応させて有機ケイ素化合物を製造することが知られている。この反応は一般に、ヒドロシリル化と呼ばれる。典型的には、触媒は担体上の金属白金、通常は溶液中の白金化合物、あるいは白金錯体である。

【0003】米国特許第2823218号明細書には、塩化白金酸の存在下に $Si-H$ を多重結合で結合された脂肪族炭素原子を含有する化合物と反応させることで有機ケイ素化合物を製造する方法が教示されている。米国特許第3220972号明細書には、同様の方法が開示されているが、触媒は塩化白金酸の反応生成物である。

【0004】ヒドロシリル化反応を使用する技術における主要な問題の一つは、反応完了前の触媒の失活である。触媒を再活性化するための一つの方法は、反応混合物を酸素にさらすことであった。例えば、米国特許第4578497号明細書の特許請求の範囲（クレーム）には、アルキルシランをヒドロシリル化するために酸素化された白金を含有する触媒を使用することが記載されている。米国特許第5359111号明細書には、反応混合物中の酸素の溶液濃度を反応混合物中に存在する白金に関して調節することにより、ヒドロシリル化反応混合物を管理するための方法が提示されている。

【0005】白金触媒の失活の問題のほかに、当該技術で教示されているヒドロシリル化法は、有機分子中の内側の不飽和結合をヒドロシリル化するのに特に有効でない。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の発明者らは、エンーイン不飽和化合物、エンーイン不飽和アルコール、及びシリル化したエンーイン不飽和アルコールが白金に触媒されるヒドロシリル化法のための促進剤として働くことができることを、思いも寄らぬことに見いだした。これらの促進剤は、酸素の存在下あるいは不存在下においてヒドロシリル化法の収率を向上させるものと信じられ、そしてそれらは、有機分子の内側の不飽和結合のヒドロシリル化を促進するのに特に有効である。

【0007】本発明は、水素化ケイ素を白金触媒の存在下且つ新規な促進剤の存在下で不飽和反応物と反応させるヒドロシリル化法である。このヒドロシリル化法は、

(A) 次式

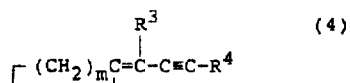
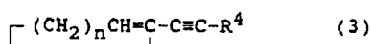
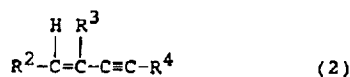


で表される水素化ケイ素（この式の各 R^1 は、炭素原子数1～20のアルキル基、炭素原子数4～12のシクロアルキル基、及びアリール基からなる群より独立に選ばれ、各Xはハロゲン原子又は式 $-OR^1$ （ここでの R^1 は先に記載のとおりである）により表されるオルガノオキシ基より独立に選ばれ、 $a=0\sim3$ 、 $b=1\sim3$ 、そして $a+b=1\sim4$ である）と、(B) (i) 置換された又は不置換の不飽和有機化合物、(ii) 置換された又は不置換の不飽和有機置換基を含むケイ素化合物、及

び(iii)(i)と(ii)との混合物、からなる群より選ばれた不飽和反応物とを、白金化合物又は白金錯体から選ばれた白金触媒の存在下、且つ、下記の式

【0008】

【化2】



【0009】(これらの式において、 R^2 は水素原子、又は炭素原子数1～12の炭化水素基から選ばれ、 R^3 は水素原子、又は炭素原子数1～6の炭化水素基から選ばれ、 R^4 は水素原子、炭素原子数1～6の炭化水素基、及び式 $-\text{SiR}^5$ (この式の各 R^5 は独立に選ばれた、炭素原子数1～6の炭化水素基である)で表されるトリオルガノシリル基からなる群から選ばれ、 $n=3\sim 5$ 、そして $m=4\sim 6$ である)により表されるエン-イン不飽和化合物からなる群より選ばれた促進剤の存在下で、接触させることを含む。

【0010】上記の水素化ケイ素と上記の不飽和反応物との接触は、ヒドロシリル化法を実施するための標準タイプの反応器でもって行われる。この接触と反応は、連続反応として、半連続反応として、あるいはバッチ反応として行うことができる。

【0011】本発明において有用な水素化ケイ素は式(1)で表され、式中の各 R^1 は炭素原子数1～20のアルキル基、炭素原子数4～12のシクロアルキル基、及びアリール基からなる群より独立に選ばれ、 $a=0\sim 3$ 、 $b=1\sim 3$ 、そして $a+b=1\sim 4$ である。 R^1 は、置換された又は不置換の先に記載のアルキル基、シクロアルキル基又はアリール基である。

【0012】式(1)において、各 R^1 は炭素原子数が1～6のアルキル基から独立に選ばれるのが好ましい。より一層好ましいのは、各 R^1 がメチル基の場合である。

【0013】式(1)において、各Xはハロゲン原子又は式 $-\text{OR}^1$ (ここでの R^1 は先に記載のとおりである)で表されるオルガノオキシ基から独立に選ばれる。好ましいのは、Xが塩素の場合である。

【0014】本発明の方法において有効である式(1)で表される水素化ケイ素の例には、トリメチルシラン、ジメチルシラン、トリエチルシラン、ジクロロシラン、トリクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルクロロシラン、エチルジクロロシラン、シクロペンチルジクロロシラン、メチルフェニルクロロシラン、(3,

3, 3-トリフルオロプロピル)ジクロロシラン、及びメチルメトキシクロロシランが含まれる。式(1)で表される好ましい水素化ケイ素は、メチルジクロロシラン又はジクロロシランから選ばれる。

【0015】水素化ケイ素は、(i)置換された又は不置換の不飽和有機化合物、(ii)置換された又は不置換の不飽和有機置換基を含むケイ素化合物、及び(iii)(i)と(ii)との混合物、からなる群より選ばれた不飽和反応物と接触させる。この発明について言えば、「不飽和」とは化合物が炭素-炭素二重結合を少なくとも一つ含むことを意味する。

【0016】本発明の方法において有効な不飽和反応物のもっと具体的な例には、少なくとも四つの炭素原子を含む不置換シクロアルケン化合物、少なくとも四つの炭素原子を含む置換されたシクロアルケン化合物、2～30の炭素原子を含む線状のアルケン化合物、4～30の炭素原子を含む枝分かれしたアルケン化合物、及び上記のものの中のいずれかの二つ以上のものの混合物が含まれる。

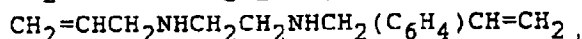
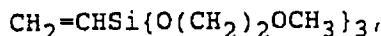
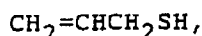
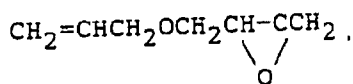
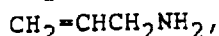
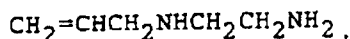
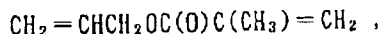
【0017】本発明の方法において有効な置換された及び不置換のシクロアルケン化合物は、環中に一つ以上の不飽和炭素-炭素結合を含むものである。不置換のシクロアルケン化合物は、例えば、シクロブテン、シクロペンテン、シクロヘキセン、シクロヘプテン、シクロオクテン、シクロペンタジエン、1, 3-シクロヘキサジエン、及び1, 3, 5-シクロヘプタトリエンでよい。本発明で有効な置換された不飽和化合物は、例えば、3-メチルシクロペンテン、3-クロロシクロブテン、4-フェニルシクロヘキセン、及び3-メチルシクロペンタジエンである。好ましいシクロアルケン化合物はシクロヘキセンとシクロペンテンであり、シクロヘキセンが一番好ましい。

【0018】本発明の方法において有効なこのほかの不飽和有機化合物は、線状の及び枝分かれしたアルケニル化合物であって、これらには、例えば1-ヘキセンや1, 5-ヘキサジエンといった末端に不飽和のある化合物、トランス-2-ヘキセンといった内側に不飽和のある化合物、及びスチレンや α -メチルスチレンといったアリール基を持つ不飽和化合物が包含される。

【0019】不飽和反応物はまた、ハロゲンを含んでもよく、酸、無水物、アルコール、エステル、エーテルの形態での酸素を含んでもよく、また窒素を含んでもよい。上記の不飽和有機化合物のうちの二つ以上のものの混合物も、本発明の方法で使用することができる。

【0020】ハロゲンを含む不飽和有機化合物には、例えば、塩化ビニル、塩化アリル、臭化アリル、ヨウ化アリル、塩化メタリル、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、テトラフルオロエチレン、クロロブレン、塩化ビニリデン、及びジクロロスチレンを含めることができる。

【0021】酸素を含む好適な不飽和有機化合物には、例えば、アリルエーテル及びビニルエーテルといったエーテル類や、アリルアルコール（ビニルカルビノール）、メチルビニルカルビノール及びエチルジメチルカルビノールといったアルコール類や、アクリル酸、メタクリル酸、ビニル酢酸、オレイン酸、ソルビン酸及びリノレン酸といった酸類や、酢酸ビニル、酢酸アリル、酢酸ブテニル、ステアリン酸アリル、アクリル酸メチル、クロトン酸エチル、コハク酸ジアリル及びフタル酸



【0024】といったようなものや、類似の化合物である。

【0025】不飽和有機化合物は、例えば式 $(\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_g)_h\text{R}^1_i\text{Si}(\text{OR}^1)_{4-h-i}$ 及び $(\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_g)_h\text{R}^1_i\text{SiCl}_{4-h-i}$ （これらの式の R^1 は先に定義されたとおりであり、 $g=0\sim 12$ 、 $h=1\sim 3$ 、 $i=0\sim 3$ 、そして $h+i=1\sim 4$ である）により表される、置換された及び不置換の有機置換基を含むケイ素化合物でもよい。

【0026】水素化ケイ素を不飽和反応物と接触させる前に、不飽和反応物処理又は精製することが好ましいことがある。そのような、不飽和反応物処理又は精製するための方法は、当該技術分野で知られているものであり、それらには蒸留、あるいは活性アルミナもしくはモレキュラーシーブといった吸着剤での処理が含まれる。

【0027】本発明の方法で使用される水素化ケイ素と不飽和反応物の相対的な量は、広い範囲内で変えることができる。ケイ素に結合した水素原子当たり一つの不飽和炭素-炭素結合が化学量論的な量であるとは言え、この方法を化学量論的条件下で実施する必要はない。一般には、本発明の方法は化学量論上過剰の水素化ケイ素で実施するのが好ましい。好ましいのは、この方法を化学量論上0.1～10%過剰の水素化ケイ素で実施する場合である。とは言うものの、安全上の理由から、例えば水素化ケイ素がジクロロシランである場合には、この方法を不飽和反応物を過剰にして実施するのが好ましいことがある。

【0028】水素化ケイ素と不飽和反応物は、白金化合物及び白金錯体から選ばれた白金触媒の存在下で接触さ

ジアリルといったエステル類が含まれる。好適な窒素含有不飽和有機化合物には、例えば、インジゴ、インドール、アクリロニトリル及びシアン化アリルが含まれる。

【0022】不飽和有機化合物の定義の範囲内に具体的に含まれるのは、有機官能性部分により置換された、例えば

【0023】

【化3】

せる。本発明においては、水素化ケイ素と、不飽和有機化合物の不飽和炭素-炭素結合との反応をもたらし任意の白金含有物質が有効である。有効な白金触媒の例は、例えば、米国特許第4578497号、同第3220972号及び同第2823218号明細書に記載されている。

【0029】白金触媒は、例えば、塩化白金酸、塩化白金酸六水和物、Karstedt触媒（すなわち塩化白金酸とsym-ジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体）、ジクロロビス（トリフェニルホスフィン）白金（II）、cis-ジクロロビス（アセトニトリル）白金（II）、ジカルボニルジクロロ白金（II）、塩化白金及び酸化白金でよい。

【0030】好ましい白金触媒は、塩化白金酸、塩化白金酸六水和物、及び白金ビニルシロキサン錯体、例として塩化白金酸又は二塩化白金とsym-ジビニルテトラメチルジシロキサンとの中和された錯体の如きもの、からなる群より選ばれる。

【0031】一般に、不飽和反応物によってプロセスに加えられる不飽和炭素-炭素結合10億モル当たり少なくとも1モルの白金を供給する濃度の白金触媒が、本発明の方法において有効である。不飽和反応物によってプロセスに加えられる不飽和炭素-炭素結合1000モル当たり1モルほどの白金を供給する濃度の白金触媒も有効である。

【0032】白金触媒は、取扱いを容易にするため、また典型的に必要とされる少量を測定するのを容易にするため、溶媒に溶解してもよい。適当な溶媒には、例えば、無極性炭化水素溶媒、例としてベンゼン、トルエン及びキシレンといったものや、極性溶媒、例としてアル

コール類、ケトン類、グリコール類及びエステル類といったものが含まれる。

【0033】本発明の方法は、この明細書において式(2)、(3)、(4)で表されたエン-イン不飽和化合物から選ばれた促進剤の存在下で実施される。式

(2)において、 R^2 は水素原子、又は炭素原子数1～12の炭化水素基より選ばれる。 R^2 は飽和していても不飽和であってもよく、また置換されていても不置換であってもよい。 R^2 は、例えばヒドロキシ基、シロキシ基又はハロゲンで置換することができる。 R^2 における好ましい置換基はヒドロキシ基である。 R^2 は、水素のほか、例えばアルキル基、例としてメチル基、エチル基、tert-ブチル基、ペンチル基及びデシル基といったものや、置換アルキル基、例としてヒドロキシメチル基、2-ヒドロキシエチル基及び3-ヒドロキシペンチル基といったものや、アルケニル基、例としてビニル基、アリル基及びヘキセニル基といったものや、フェニル基といったようなアリール基や、クロロメチルヒドリドシロキシメチル基又はクロロシクロペンチルメチルシロキシエチル基といったようなシロキシアルキル基でもよい。

【0034】式(2)と(4)において、 R^3 は水素原子、又は炭素原子数1～6の炭化水素基から選ばれる。好ましいのは、 R^3 が水素原子、又は炭素原子数1～6のアルキル基から選ばれる場合である。最も好ましいのは、 R^3 が水素とメチル基から選ばれる場合である。

【0035】式(2)、(3)、(4)において、 R^4 は、水素原子、炭素原子数1～6の炭化水素基、及び式 $-SiR^5_3$ (この式の各 R^5 は独立に選ばれた、炭素原子数1～6の炭化水素基である)で表されるトリオルガノシリル基からなる群より選ばれる。好ましいのは、 R^4 が水素原子、炭素原子数1～6のアルキル基、ヒドロキシ基で置換された炭素原子数1～6のアルキル基、シロキシ基で置換された炭素原子数1～6のアルキル基、及び式 $-SiR^5_3$ (ここでの各 R^5 は独立に選ばれた、炭素原子数1～6のアルキル基である)で表されるトリオルガノシリル基からなる群より選ばれる場合である。好ましいのは、 R^5 がメチル基の場合である。最も好ましいのは R^4 が水素の場合である。

【0036】式(3)において、nは3、4又は5の値を持つことができる。好ましいのは、nの値が3又は4である場合である。式(4)において、mは4、5又は6の値を持つことができる。好ましいのは、mの値が4又は5の場合である。

【0037】本発明の方法において有効であるエン-イン不飽和化合物の例には、2-メチル-1-ブテン-3-イン、3, 5-ジメチル-3-ヘキセン-1-イン、2-ペンテン-4-イン-1-オール、3-メチル-2-ペンテン-4-イン-1-オール、3-ノネン-1-イン、3-ペンテン-1-イン、2-メチル-4-トリ

メチルシリル-1-ブテン-3-イン、4-メチル-4-ペンテン-2-イン-1-オール、2, 5-ジメチル-5-ヘキセン-3-イン-2-オール、3, 6-ジメチル-6-ヘプテン-4-イン-3-オール、6-メチル-6-ヘプテン-4-イン-3-オール、1-(2', 6', 6'-トリメチルシクロヘキス-1'-エニル)ブト-1-エン-3-イン、1-エチニルシクロヘキセン、1-エチニル-1-シクロペンテン、1-シクロヘキセニルプロピン、(1-シクロヘキセン-1-イルエチニル)トリメチルシラン、及びプロピニリデンシクロヘキサンが含まれる。

【0038】本発明で使用するのに好ましい促進剤は、3, 5-ジメチル-3-ヘキセン-1-イン、3-メチル-2-ペンテン-4-イン-1-オール、1-エチニルシクロヘキセン、1-クロロメチルヒドリドシロキシ-3-メチル-2-ペンテン-4-イン、及び1-クロロシクロペンチルメチルシロキシ-3-メチル-2-ペンテン-4-インからなる群より選ばれる。

【0039】本発明の方法には有効濃度の促進剤が加えられ、ここでの有効濃度は、水素化ケイ素と不飽和有機化合物との反応の開始を容易にし、反応の速度を加速し、及び/又はプロセスにおける触媒の反応性喪失を低下させるものである。促進剤の実用的な有効濃度は、一般に、不飽和反応物の重量の0.01～20重量%の範囲内である。好ましいのは、促進剤が不飽和反応物の0.1～10重量%である場合である。促進剤は、白金触媒との予備混合物として、あるいは別個に、プロセスに加えることができる。

【0040】本発明の方法を実施する温度は、一般には-10℃から220℃までの範囲内でよい。15～170℃の温度で本発明の方法を実施するのが好ましい。本発明の方法にとって最も好ましい温度は30～150℃の範囲内である。

【0041】

【実施例】

〔例1〕エン-イン不飽和化合物が白金触媒存在下でのメチルジクロロシランとシクロヘキセンとの反応を促進する能力を評価した。アルゴンでバージシガスシールした罐でストック混合物を調製した。このストック混合物は、13Xモレキュラーシーブで処理したシクロヘキセン中に4モル%過剰のメチルジクロロシランを含んでいた。次に、このストック混合物にシクロヘキセン1モル当たり 6×10^{-5} モルの白金を、白金ジビニルシロキサン錯体として加えた。次いで、この触媒入りストック溶液のアリコートを実験用アルゴンバージしたガラス管に移し、そして表1に記載したエン-イン不飽和化合物をシクロヘキセンの1重量%の濃度でこれらのガラス管に加えた。アルゴンバージ下でこれらの管をヒートシールし、80℃で3時間加熱した。3時間後に、管を冷却し、内容物を熱伝導率検出器を使用するガスクロマトグラフィ

ー(GC-TC)で分析した。この分析の結果は、100%としてのシクロヘキセンの面積を差し引いたGC-TCTCトレース下の(シクロヘキシル)メチルジクロロシラン($\text{MeC}_6\text{H}_{11}\text{SiCl}_2$)の標準化した面積%として

表1に報告される。

【0042】

【表1】

表 1

白金に触媒される MeHSiCl_2 のシクロヘキセンへの付加のための促進剤としてのエーイン不飽和化合物

促進剤の種類	$\text{Me}(\text{C}_6\text{H}_{11})\text{SiCl}_2$ 面積%
なし	22.1
3,5-ジメチル-3-ヘキセン-1-イン	80.7
3-メチル-2-ペンテン-4-イン-1-オール	95.9
1-エチニルシクロヘキセン	71.5

【0043】〔例2〕1-エチニルシクロヘキセンが白金触媒存在下でのジクロロシランとシクロペンテンとの反応を促進する能力を評価した。

【0044】アルゴンでパージしガスシールした壺でもって、シクロペンテン中に14.2重量%ジクロロシランを含むストック混合物を調製した。この混合物のアリコート、ジクロロシラン1モル当たり 7×10^{-4} モルの白金を供給する白金ジビニルシロキサン錯体が入っているアルゴンパージしたガラス管に移した。次に、全質量を基にして1重量%の1-エチニルシクロヘキセンを

これらの管に加えた。アルゴンガスシール下でこれらの管をヒートシールし、表2に示した時間120℃で加熱した。加熱後、管を冷却し、内容物をGC-TCで分析した。この分析の結果は、100%としてのシクロペンテンの面積を差し引いたGC-TCTCトレース下のシクロペンチルジクロロシラン(CpHSiCl_2)とジシクロペンチルジクロロシラン(Cp_2SiCl_2)の標準化した面積%として表2に報告される。

【0045】

【表2】

表 2

白金に触媒されるジクロロシランのシクロペンテンへの付加のための促進剤としての1-エチニルシクロヘキセン

促進剤	時間(h)	CpHSiCl_2 面積%	Cp_2SiCl_2 面積%
なし	1.5	76.7	0.0
1-エチニルシクロヘキセン	1.0	62.3	4.3

フロントページの続き

(72)発明者 ピーター イン カイ ロ

アメリカ合衆国, ミシガン 48640, ミッ

ドランド, ロンドンベリー コート 6116